### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant:

Makoto SHIMOSAKA et al.

Title:

APPARATUS FOR PULLING A SINGLE CRYSTAL

Appl. No.:

Unassigned

Filing Date:

AUG 0 4 2003

Examiner:

Unassigned

Art Unit:

Unassigned

#### **CLAIM FOR CONVENTION PRIORITY**

Commissioner for Patents PO Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of said original foreign application:

Japanese Patent Application No. 2002-268249 filed 09/13/2002.

Respectfully submitted,

By Au Nelwell

Richard L. Schwaab

Attorney for Applicant Registration No. 25,479

AUG 0 4 2003 Date

**FOLEY & LARDNER** 

Customer Number: 22428

PATENT TRADEMARK OFFICE

Telephone: Facsimile:

(202) 672-5399

(202) 672-5414

## 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 9月13日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-268249

[ ST.10/C ]:

[JP2002-268249]

出 願 人
Applicant(s):

東芝セラミックス株式会社

2003年 2月28日

特 許 庁 長 官 Commissioner, Japan Patent Office



### 特2002-268249

【書類名】 特許願

【整理番号】 A2G030

【提出日】 平成14年 9月13日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 27/02

【発明の名称】 単結晶引上装置

【請求項の数】 4

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県秦野市曽屋30番地 東芝セラミックス株式会

社 開発研究所内

【氏名】 下坂 信

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目861番地5 新潟東

芝セラミックス株式会社内

【氏名】 阿部 直

【特許出願人】

【識別番号】 000221122

【氏名又は名称】 東芝セラミックス株式会社

【代理人】

【識別番号】 100078765

【弁理士】

【氏名又は名称】 波多野 久

【選任した代理人】

【識別番号】 100078802

【弁理士】

【氏名又は名称】 関口 俊三

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011899

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

## 【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶引上装置

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 チャンバ内に設置されたルツボと、このルツボに充填された原料を加熱して融液にするヒータと、ルツボの上方の引上げ領域を囲むように設置され不活性ガスの流れを整流する輻射シールドとを有し、不活性ガスをチャンバに供給しチャンバに設けられた排気孔から排気しつつ種結晶を融液に浸漬し単結晶を引上げる単結晶引上装置において、前記輻射シールドは、炭化珪素を被覆した黒鉛基材で形成され、かつ、この黒鉛基材に形成される屈曲部の内側コーナは、曲面で形成され、前記屈曲部は、単結晶を囲うように配置され中空筒状のシールド主体とこのシールド主体から内方に延びるリング形状の水平部との間、この水平部とこの水平部から前記単結晶に沿って上方にリング形状に立上がる立上部との間、前記シールド主体とこのシールド主体から外方に延びリング形状の取付部との間にそれぞれ形成されることを特徴とする単結晶引上装置。

【請求項2】 請求項1に記載の単結晶引上装置において、上記曲面は、円 弧若しくは楕円弧で形成され、その中心からの距離が5mm以上であることを特 徴とする単結晶引上装置。

【請求項3】 請求項2に記載の単結晶引上装置において、上記水平部には、リング形状の断熱部材が載置され、この断熱部材は、立上部により支持されていることを特徴とする単結晶引上装置。

【請求項4】 請求項3に記載の単結晶引上装置において、上記断熱部材は、熱伝導率が異なる材質で複数のリング状に分割可能に形成された覆体により覆われることを特徴とする単結晶引上装置。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は単結晶引上装置に係わり、特に輻射シールドの構造を改良した単結晶引上装置に関する。

[0002]

## 【従来の技術】

一般に半導体デバイスの基板には主にシリコン単結晶が用いられているが、このシリコン単結晶は、多結晶シリコンからチョクラルスキー法(以下、CZ法という。)により製造される。

[0003]

図6に示すように、このC Z 法に用いられる半導体単結晶引上装置21は、チャンバ22と、このチャンバ22内に設置された石英ガラスルツボ23と、この石英ガラスルツボ23を囲繞するように設けられたヒータ24とを有しており、原料のポリシリコンを石英ガラスルツボ23に充填し、ヒータ24によってポリシリコンを加熱溶解した上、シードチャック25に取付けられた種結晶26をシリコン融液Mに浸漬し、シードチャック25及び石英ガラスルツボ23を回転させながらシードチャック25を引上げて単結晶Igを成長させるものである。

[0004]

このCZ法による単結晶引上げ工程において、石英ガラスルツボ23とシリコン融液Mとの反応によってシリコン融液Mからシリコン酸化物が蒸発し、浮遊する。このシリコン酸化物は、成長中のシリコン単結晶Igの単結晶化率に大きな影響を与えるため、チャンバ22の外部に効率良く排出することが必要である。

[0005]

そのため、輻射シールド27が、成長中のシリコン単結晶Igを囲うように石英ガラスルツボ23の上方に配置されている。この輻射シールド27は、単結晶の引上げ速度に影響する温度勾配を大きくするために、ヒータ24および融液Mからシリコン単結晶Igに加えられる輻射熱を遮断してシリコン単結晶Igの冷却を促進すると共に、輻射シールド27のガス整流効果により、チャンバ22の上方の不活性ガス供給孔28から導入した不活性ガスGをシリコン単結晶Igの周囲、石英ガラスルツボ23の中心部から周縁部を経てチャンバ22の底部29に設けられた排気孔30へと導き、高温下の炉内、シリコン融液Mから発生するシリコン酸化物や黒鉛ルツボ31から発生する金属蒸気など、単結晶化を阻害するガスを排除し、単結晶化率の向上を図っている。

[0006]

また、輻射シールド27は、黒鉛基材で形成され、さらに、黒鉛基材の表面を 炭化珪素等で被覆して、よりクリーンな雰囲気を保つ方策がとられている。

## [0007]

近年のシリコン単結晶の大型化に伴ない、この輻射シールド27も大型となっている。このため、従来技術の目的の一つである輻射熱の遮断効果を向上させることは、同時に輻射シールド27自体内部での温度差も増加させることになり、これによる輻射シールド27に発生する熱応力も増加する。

## [0008]

従って、上述のように、黒鉛基材からなる輻射シールド部材の表面を炭化珪素で被覆した場合に、この黒鉛基材と炭化珪素膜の材料特性の違いから、この両部材間に熱応力による圧縮及び膨張が生じ、これらが黒鉛基材の強度特性を超える場合にクラックが発生するおそれがある。このクラックが発生すると、クラック部分から黒鉛基材などから発生する不純物が落下して融液に混入し、単結晶の純度を低下させる。さらに、パーティクルを発生させ、これが単結晶に付着して有転位化するという問題が発生し単結晶引上げの生産性を著しく低下させる。

## [0009]

このような問題点を解決するために、従来、輻射シールド部材の厚みを増し強度を上げることが提案されているが、輻射シールドの自重増加に伴ない高価格となり望ましくなく、さらには輻射シールド部材自体の熱容量も大きくなり輻射を遮断する効果に反する結果となっている。

## [0010]

また、特許文献1の図1に示されるように、従来の円錐状整流管(輻射シールド)に曲がり部分の多くを曲面で形成し、さらに、円錐状整流管の外壁に多数の羽根を立設して、乱流を防止して、品質の良好な半導体単結晶を得る単結晶製造装置が記載されている。しかしながら、この特許文献1に記載の円錐状整流管は、単結晶を囲うように設けられた円筒が、円錐状整流管の下端部から鋭角をもって垂直に立上がっている。このため、黒鉛基材からなる円錐状整流管部材の表面を炭化珪素で被覆した場合に、この黒鉛基材と炭化珪素膜の材料特性の違いから、この両部材間に熱応力による圧縮及び膨張が生じ、これらが黒鉛基材の強度特

性を超える場合にクラックが発生するおそれがある。また、円筒が鋭角をもって 垂直に立上がっているため、水平部が形成できず、従って、断熱性の向上を図る ために断熱材を取付けができない。

[0011]

さらに、特許文献2の2に示されるように、輻射シールドは、輻射シールドの 内面部を形成し、単結晶が貫通する開口部を有する逆截頭円錐形状の円錐部と、 この円錐部の下端に連通しこの円錐部の下端から放射状に水平外方に延び、かつ 前記融液表面に対向する水平部と、石英ガラスルツボの内表面に対向し垂直に延 びる円筒状の直胴部と、この直胴部と円錐部および水平部で形成される中空部に 充填された断熱材とより形成されている。さらに、水平部と直胴部が連通する連 通部には直胴部が単結晶の中心線方向に向かって縮径するように設けられた角取 部、例えば円筒状の円弧部が形成されている。また、円錐部と直胴部の上端部か らは、各々放射状に水平外方に延びる環状、鍔状あるいはフランジ形状のリム部 が設けられ、これらの環状リム部から下方に延びる円筒状の支持部とで断熱材充 填用の中空部が形成されるように設けられている。 しかしながら、この特許文 献2に記載の輻射シールドは、予め断熱材が埋込まれているため、用途に応じて 断熱材の量を調整することができず、温度帯の調整が容易に行えず、単結晶化率 の向上が図り難く、また、輻射シールドの重量が増して作業性が低下し、さらに 、上端部にかかる重量により、この上端部からクラックが発生しやすく、また、 輻射シールドのコストアップとなる。

[0012]

#### 【特許文献1】

特開平5-884号公報(第3ページ左欄、第1図)

[0013]

## 【特許文献2】

特開平2000-119089号公報(第3ページ右欄段落番号第0017~0019、第2図)

[0014]

【発明が解決しようとする課題】

そこで、黒鉛基材に炭化珪素を被覆した輻射シールドであっても、単結晶化率 の向上が可能で、安価、かつ、大型化しても熱応力によるクラックの発生がなく 、断熱性の向上を図ることができる輻射シールドを提供することを目的とする。

#### [0015]

## 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明の1つの態様によれば、チャンバ内に設置さ れたルツボと、このルツボに充填された原料を加熱して融液にするヒータと、ル ツボの上方の引上げ領域を囲むように設置され不活性ガスの流れを整流する輻射 シールドとを有し、不活性ガスをチャンバに供給しチャンバに設けられた排気孔 から排気しつつ種結晶を融液に浸漬し単結晶を引上げる単結晶引上装置において 、前記輻射シールドは、炭化珪素を被覆した黒鉛基材で形成され、かつ、この黒 鉛基材に形成される屈曲部の内側コーナは、曲面で形成され、前記屈曲部は、単 結晶を囲うように配置され中空筒状のシールド主体とこのシールド主体から内方 に延びるリング形状の水平部との間、この水平部とこの水平部から前記単結晶に 沿って上方にリング形状に立上がる立上部との間、前記シールド主体とこのシー ルド主体から外方に延びリング形状の取付部との間にそれぞれ形成されることを 特徴とする単結晶引上装置が提供される。これにより、黒鉛基材に炭化珪素を被 覆した輻射シールドであっても、単結晶化率の向上が可能で、安価、かつ、大型 化しても黒鉛と炭化珪素の熱膨張係数の違いによって応力が生じることがなく、 熱応力によるクラックの発生がない輻射シールドを有する単結晶引上装置が実現 される。

#### [0016]

また、好適な一例では、上記曲面は、円弧若しくは楕円弧で形成され、その中 心からの距離が5mm以上である。

#### [0017]

また、他の好適な一例では、上記水平部には、リング形状の断熱部材が載置され、この断熱部材は、立上部により支持されている。これにより、断熱部材の支持が容易となり、また、断熱部材の厚さを増加させることが容易になり、断熱性の向上が図れ、さらに、断熱部材からパーティクルや小片が生じても立上部によ

り落下が阻止され、融液中への落下が防止される。

[0018]

また、他の好適な一例では、上記断熱部材は、熱伝導率が異なる材質で複数の リング状に分割可能に形成された覆体により覆われる。これにより、リング部材 の組合わせによって、温度帯の調整が容易に行えて、単結晶化率の向上が実現さ れる。

[0019]

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係わる単結晶引上装置の第1実施形態について添付図面を参照 して説明する。

[0020]

図1は本発明に係わる単結晶引上装置の概念図である。

[0021]

図1に示すように、本発明に係わる単結晶引上装置1は、チャンバ2と、このチャンバ2内に設置され半導体原料が充填される石英ガラスルツボ3と、この石英ガラスルツボ3を保持する黒鉛ルツボ4と、この黒鉛ルツボ4を囲繞しこの石英ガラスルツボ3の半導体原料を加熱して融液Mにするヒータ5と、黒鉛ルツボ4に取付けられチャンバ2の底部6を貫通し、モータ(図示せず)に結合されて回転され、かつ昇降装置(図示せず)によって昇降されるルツボ回転軸7とを有している。

[0022]

また、単結晶引上装置1には、単結晶引上げ用のシード8を保持するシードチャック9が取付けられた引上げ用ワイヤ10が、石英ガラスルツボ3の上方に設けられており、引上げ用ワイヤ10は、チャンバ2外に設けられいずれも図示しないモータにより駆動されワイヤ回転装置に巻取りあるいは解放自在に取り付けられている。

[0023]

さらに、石英ガラスルツボ3の上方の引上げ領域を囲むように設置され不活性ガスGの流れを整流し、単結晶Igが貫通する開口部11a $_1$ が設けられた輻射

シールド11を有しており、さらに、チャンバ2の上方には、不活性ガス供給口 12が設けられており、チャンバ2の底部6には不活性ガス排出口13が設けら れている。

## [0024]

図2に示すように、上記輻射シールド11は、熱伝導性が小さく断熱性に優れた黒鉛基材からなり、その表面はクリーンな雰囲気を保つように炭化珪素で被覆されており、上記開口部11a<sub>1</sub>が設けられ単結晶Igを囲うように配置された中空筒状、例えば中空截頭円錐状のシールド主体11aと、このシールド主体11aから内方に延びるリング形状の水平部11bと、この水平部11bから単結晶に沿って上方にリング形状に立上がる立上部11cと、シールド主体11aから外方に延びリング形状の取付部11dとを有している。

## [0025]

上記シールド主体11aには、屈曲部11abを介して水平部11bが連設され、水平部11bには、屈曲部11bcを介して立上部11cが連設され、さらに、シールド主体11aには、屈曲部11adを介して取付部11dが連設されている。また、屈曲部11bcの内側コーナ部11bc<sub>1</sub>及び屈曲部11adの内側コーナ11ad<sub>1</sub>は、各々例えば断面形状が円弧を有する曲面で形成され、その中心からの距離、すなわち曲率半径が5mm以上になっている。さらに、屈曲部11abは断面形状が楕円弧を有する曲面で形成されており、従って、内側コーナ11ab<sub>1</sub>も断面形状が楕円弧を有する曲面で形成されており、その中心からの距離は、100mm以上、例えば150mmになっている。内側コーナの曲面をその曲率として中心からの距離を5mm以上にすることにより、黒鉛と炭化珪素の熱膨張係数の違いによって応力が生じ、クラックが発生することがない。距離が5mmより小さいと、黒鉛と炭化珪素の熱膨張係数の違いによって応力が生じ、クラックが発生する。なお、必要に応じて、上記各屈曲部の外側コーナ及び基材端部にもR5mm以上の曲面を形成してもよい。

#### [0026]

図3に示すように、輻射シールド11の水平部11bには、リング形状の断熱部材11eが載置され、この断熱部材11eは、立上部11cにより支持されて

、容易かつ着脱自在に取付けられる。立上部11cにより断熱部材11eを支持することにより、断熱部材11eの厚さを増加させることが容易になり、断熱性の向上が図れ、また、例え断熱部材11eからパーティクルや小片が生じても立上部11cにより落下が阻止され、融液M中に落下することがない。

[0027]

上記断熱部材は、炭化珪素で被覆されており、これにより、断熱部材からパー ティクルが発生するのを防止するための蓋体を設けずとも、パーティクルの発生 を防止でき、かつ、構造を簡単にすることができる。

[0028]

次に本発明に係わる単結晶引上装置を用いた単結晶引上げ方法について説明する。

[0029]

図1に示すように、原料のポリシリコンを石英ガラスルツボ3に充填し、不活性ガスGをチャンバ2の上方の不活性ガス供給口12からチャンバ2内に流入させ、ヒータ5を付勢して、シリカガラスルツボ3を加熱し、ルツボ回転用モータを付勢してこのモータに結合されたルツボ回転軸7によりシリカガラスルツボ3を回転させる。

[0030]

一定時間が経過した後、ワイヤ回転装置を回転させて引上げ用ワイヤ10を降下させ、シードチャック9を降ろし、シード8をシリコン融液Mに接触させ、結晶を成長させ、単結晶Igを引上げる。

[0031]

このようなシリコン単結晶引上げ工程において、チャンバ2の上方の不活性ガス供給口12より供給された不活性ガスGは、立上部11cによって、よりよく整流されて輻射シールド11と単結晶Igの間を通り、水平部11bの存在により、融液面から単結晶Igへの熱は遮断されるとともに、不活性ガスGは融液Mの表面に到達する。融液Mの表面より蒸発する酸化物は、融液表面上を流れる不活性ガスGにより捕獲される。酸化物を含んだ不活性ガスGは、輻射シールド11の外側とシリカガラスルツボ3の間を通過し、不活性ガス排出口13からチャ

ンバ2外部へと排出される。

[0032]

また、上記シリコン単結晶引上げ工程において、図3及び図4に示すように、輻射シールド11により、ヒータ5及び融液Mからシリコン単結晶Igに加えられる輻射熱を遮断して、シリコン単結晶Igの冷却を促進し、シリコン単結晶Igの引上げに必要な所望の温度勾配が得られる。また、輻射シールド11は高温に曝されて、高温になるが、輻射シールド11の屈曲部11bcの内側コーナ11bc1及び屈曲部11adの内側コーナ部11ad1は、曲率半径が5mm以上の円弧部で形成され、屈曲部abは内側コーナ11ab1を含めて楕円弧を有する曲面で形成され、その中心からの距離は、100mm以上の例えば150mmになっているので、黒鉛基材と炭化珪素膜の材料特性違いにより輻射シールド11に生じる熱応力を分散させ、圧縮及び膨張によるクラックの発生を防止することができる。これにより、輻射シールド11の基材の厚みを増加させることなく、輻射シールド11の強度を上げることができる。

[0033]

さらに、屈曲部は、楕円弧を有する曲面で形成されているので、不活性ガスG の流れをスムーズにでき、酸化物を含んだ不活性ガスGを速やかに不活性ガス排 出口13からチャンバ2外部に排出でき、低酸素濃度のシリコン単結晶 I g を引 上げることができる。

[0034]

また、本発明に係わる単結晶引上装置の第2実施形態を説明する。

[0035]

本第2実施形態は、上記第1実施形態における断熱部材を覆う覆体を付加した ものである。

[0036]

e は、炭化珪素で被覆されるのが好ましいが、覆体11Afで覆われるので必ず しも炭化珪素で被覆される必要はない。なお、他の構成は図3に示す輻射シール ドと異ならないので、同一符号を付して説明は省略する。

[0037]

従って、リング部材 $11Af_1$ 、 $11Af_2$ 、 $11Af_3$ を適宜組合わせることによって、COP密度に影響を与える $1050\sim1150$ ℃における温度帯の調整が容易に行えて、単結晶化率の向上が可能になる。また、断熱部材11Aeからパーティクルや小片が生じても立上部11Ac及び覆体11Afにより落下が阻止され、融液中に落下することがない。

[0038]

## 【実施例】

目的:①下記に示す輻射シールドを組込んだ本発明に係わる単結晶引上装置を用いて、シリコン単結晶の引上げを行い、従来例と比較した。

[0039]

②熱計算により、実施例と従来例の形状の違いによる熱応力の差異を調べた。

[0040]

- 輻射シールド:黒鉛成形体を基材に炭化珪素被覆、厚さ10mm程度、内側コーナR5mm(従来例ではR1mm)、但し、シールド主体と水平部間の内側コーナはR20mm、外径φ700mm、内径φ350mm、高さ500mmの截頭円錐形状
- 結果:①従来例(内側コーナR1mm)は、水平部と立上部間の内側コーナに クラックが発生した。これに対して、実施例には、クラックの発生が 認められなかった。

[0041]

②熱応力の測定結果を表1に示す。

[0042]

## 【表1】

	内側コーナ (mm)	炭化珪素膜応力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	黒鉛基材応力 (kgf/mm²)
実施例	5	1 3	1.2
従来例	1	1 0	1.0

[0043]

表 1 からもわかるように、実施例ではR 5 mmの曲面を持たせることにより、 黒鉛基材と炭化珪素膜でそれぞれ発生する熱応力差を $20\sim30$  %程度分散できることが確認された。

[0044]

## 【発明の効果】

本発明に係わる単結晶引上装置によれば、黒鉛基材に炭化珪素を被覆した輻射 シールドであっても、単結晶化率の向上が可能で、安価、かつ、大型化しても熱 応力によるクラックの発生がなく、断熱性の向上を図った輻射シールドを有する 単結晶引上装置を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明に係わる単結晶引上装置の第1実施形態の概念図。

#### 【図2】

本発明に係わる単結晶引上装置の第1実施形態に用いられる輻射シールドの一部を示す概念図。

#### 【図3】

本発明に係わる単結晶引上装置の第1実施形態に用いられる輻射シールドの一 部を示す概念図。

#### 【図4】

本発明に係わる単結晶引上装置の輻射シールドの働きを示す概念図。

## 【図5】

本発明に係わる単結晶引上装置の第2実施形態に用いられる輻射シールドの一部を示す概念図。

## 【図6】

## 従来の単結晶引上装置の概念図。

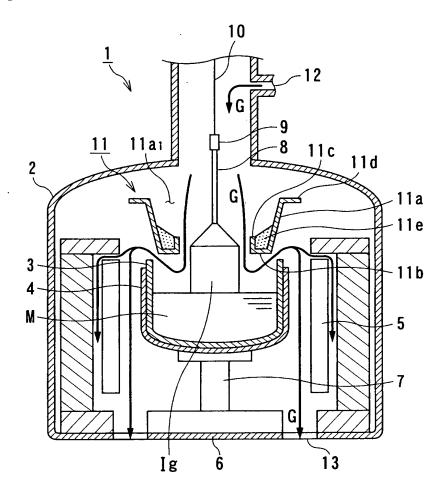
## 【符号の説明】

- 1 単結晶引上装置
- 2 チャンバ
- 3 石英ガラスルツボ
- 4 黒鉛ルツボ
- 5 ヒータ
- 6 底部
- 7 ルツボ回転軸
- 8 シード
- 9 シードチャック
- 10 引上げ用ワイヤ
- 11 輻射シールド
- 11a シールド主体
- 1 1 a <sub>1</sub> 開口部
- 11ab 屈曲部
- 11ab<sub>1</sub> 内側コーナ
- 11ad 屈曲部
- 11ad<sub>1</sub> 内側コーナ
- 11b 水平部
- 11bc 屈曲部
- 11bc<sub>1</sub> 内側コーナ部
- 11 c 立上部
- 11d 取付部
- 11e 断熱部材
- 12 不活性ガス供給口
- 13 不活性ガス排出口
- Ig 単結晶

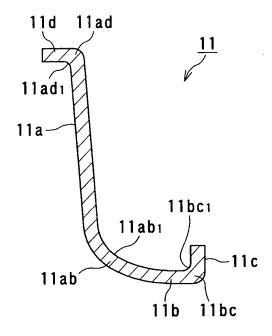
M 融液

【書類名】 図面

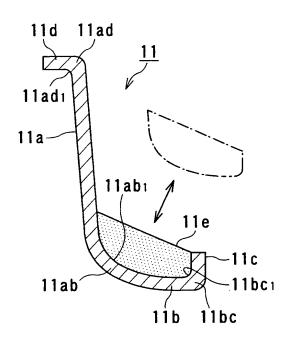
# 【図1】



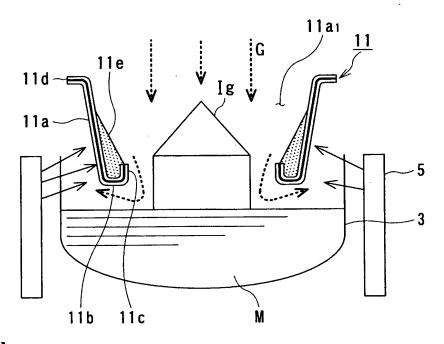
【図2】



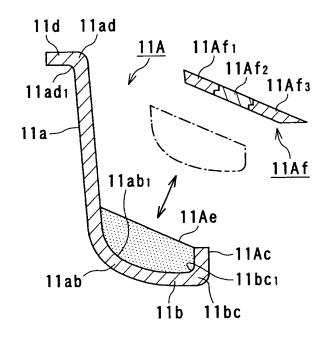
# 【図3】



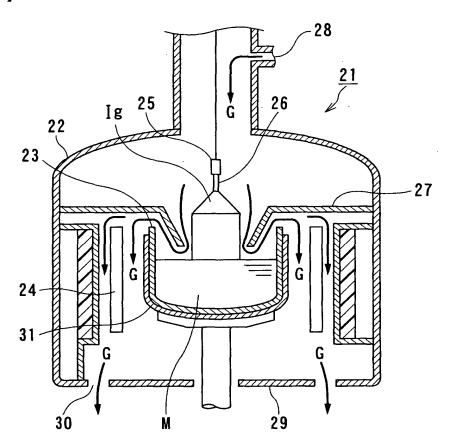
【図4】



【図5】



【図6】



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】黒鉛基材に炭化珪素を被覆した輻射シールドであっても、単結晶化率の向上が可能で、安価、かつ、大型化しても熱応力によるクラックの発生がなく、 断熱性の向上を図った輻射シールドを有する単結晶引上装置を提供する。

【解決手段】チョクラルスキー法を用い輻射シールドを有する単結晶引上装置に おいて、輻射シールドは、炭化珪素を被覆した黒鉛基材で形成され、この基材に 形成される屈曲部の内側コーナは、曲面で形成される。

【選択図】 図1



## 出願人履歴情報

識別番号

[000221122]

1. 変更年月日

1999年 9月 8日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都新宿区西新宿七丁目5番25号

氏 名

東芝セラミックス株式会社